

DERWENT-ACC-NO: 2003-620678

DERWENT-WEEK: 200407

COPYRIGHT 2005 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Low-elasticity rubber composition used as
sealant for telecommunication cable, contains vulcanized
ethylene-propylene-diene rubber, process oil,
carbon black and tackifier

PATENT-ASSIGNEE: SUMITOMO RUBBER IND LTD[SUMR]

PRIORITY-DATA: 2001JP-0081053 (March 21, 2001)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE
PAGES MAIN-IPC		
JP 2002348424 A	December 4, 2002	N/A
010 C08L 023/16		

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO
APPL-DATE		
JP2002348424A	N/A	2001JP-0302428
September 28, 2001		

INT-CL (IPC): C08K003/04, C08L023/16 , C08L023/20 , C08L091/02 ,
C09K003/10 , G02B006/00

ABSTRACTED-PUB-NO: JP2002348424A

BASIC-ABSTRACT:

NOVELTY - The low-elasticity rubber composition contains vulcanized ethylene-propylene-diene rubber (in weight parts) (100), process oil (200 or more), carbon black (20 or more) with particle diameter of 80 nm or less, and tackifier (10-100). The rubber contains 54-64 weight% of ethylene content.
The pour point of process oil is -30 deg. C or less.

DETAILED DESCRIPTION - The polybutene is used as tackifier.

An INDEPENDENT CLAIM is included for sealant.

USE - As sealant (claimed) for optical fiber cable e.g.
telecommunication
cable.

ADVANTAGE - The low-elasticity rubber composition has high air
resistance and
thermocycle resistance.

DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The figure shows method for measuring
breakage
elongation of low-elasticity rubber composition. (Drawing includes
non-English
language text).

CHOSEN-DRAWING: Dwg.1/1

TITLE-TERMS: LOW ELASTIC RUBBER COMPOSITION SEAL TELECOMMUNICATION
CABLE

CONTAIN VULCANISATION ETHYLENE PROPYLENE DIENE RUBBER
PROCESS OIL
CARBON BLACK TACKIFIER

DERWENT-CLASS: A12 A89 P81 V07 X12

CPI-CODES: A04-G06; A08-M05; A08-P08; A08-R03; A12-L03A; A12-R08;

EPI-CODES: V07-F01B1; V07-F01B4; X12-D05;

ENHANCED-POLYMER-INDEXING:

Polymer Index [1.1]

018 ; G0817*R D01 D51 D54 ; R00326 G0044 G0033 G0022 D01 D02 D12
D10 D51 D53 D58 D82 ; R00964 G0044 G0033 G0022 D01 D02 D12 D10
D51

D53 D58 D83 ; H0033 H0011 ; H0124*R ; P1309 H0124 ; M9999 M2073
; P1150

Polymer Index [1.2]

018 ; ND01 ; Q9999 Q9007 ; B9999 B3930*R B3838 B3747 ; K9449 ;
B9999

B4568*R ; B9999 B4728 B4568 ; B9999 B4682 B4568 ; Q9999 Q8344
Q8264

Polymer Index [1.3]

018 ; R05085 D00 D09 C* 4A ; A999 A237

Polymer Index [1.4]

018 ; A999 A340*R ; S9999 S1376

Polymer Index [1.5]

018 ; A999 A680

Polymer Index [2.1]

018 ; G0055*R G0044 G0033 G0022 D01 D02 D12 D10 D51 D53 D84 ;
H0000

; A999 A680 ; A999 A782 ; P1150

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C2003-169419

Non-CPI Secondary Accession Numbers: N2003-494522

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-348424

(P2002-348424A)

(43) 公開日 平成14年12月4日 (2002. 12. 4)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームコード* (参考)
C 0 8 L 23/16		C 0 8 L 23/16	2 H 0 3 8
C 0 8 K 3/04		C 0 8 K 3/04	4 H 0 1 7
C 0 8 L 23/20		C 0 8 L 23/20	4 J 0 0 2
91/02		91/02	
C 0 9 K 3/10		C 0 9 K 3/10	Z
審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 10 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願2001-302428 (P2001-302428)

(22) 出願日 平成13年9月28日 (2001. 9. 28)

(31) 優先権主張番号 特願2001-81053 (P2001-81053)

(32) 優先日 平成13年3月21日 (2001. 3. 21)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000183233

住友ゴム工業株式会社

兵庫県神戸市中央区脇浜町3丁目6番9号

(72) 発明者 榊 俊明

兵庫県神戸市中央区脇浜町3丁目6番9号

住友ゴム工業株式会社内

(72) 発明者 溝口 哲朗

兵庫県神戸市中央区脇浜町3丁目6番9号

住友ゴム工業株式会社内

(74) 代理人 100075155

弁理士 亀井 弘勝 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 低弾性率高分子組成物およびそれを用いたシール材

(57) 【要約】

【課題】 気密性が高く、ヒートサイクル耐性があり、光ファイバーケーブル等のクロージャー用シール材として好適な低弾性率ゴム組成物を提供する。

【解決手段】 エチレン含量が54～64重量%であるエチレン-プロピレン-ジエンゴム100重量部と、流動点が-30℃以下のプロセスオイル200重量部以上、粒子径が80 nm以下のカーボンブラック20重量部以上、および粘着付与剤10～100重量部とを含有し、加硫されてなる低弾性率ゴム組成物、およびこれを用いたシール材。

【特許請求の範囲】

【請求項1】(A)エチレン含量が54～64重量%であるエチレン-プロピレン-ジエンゴム100重量部と、(B)流動点が-30℃以下のプロセスオイル200重量部以上、(C)粒子径が80nm以下のカーボンブラック20重量部以上、および(D)粘着付与剤10～100重量部とを含有する組成物であって、前記エチレン-プロピレン-ジエンゴムが加硫されていることを特徴とする低弾性率ゴム組成物。

【請求項2】粘着付与剤としてポリブテンを10～45重量部含有する請求項1記載の低弾性率ゴム組成物。

【請求項3】(A)エチレン含量が54～64重量%であるエチレン-プロピレン-ジエンゴム100重量部と、(B)流動点が-30℃以下のプロセスオイル200重量部以上、(C)粒子径が80nm以下のカーボンブラック20重量部以上、および(D)粘着付与剤10～100重量部とを含有し、前記エチレン-プロピレン-ジエンゴムが加硫されている低弾性率ゴム組成物を用いることを特徴とするシール材。

【請求項4】粘着付与剤としてポリブテンを10～45重量部含有する請求項3記載のシール材。

【請求項5】光ファイバーケーブルのクロージャー用である請求項3または4記載のシール材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、通信ケーブルクロージャー等のシール材として有用な低弾性率ゴム組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、光ファイバーケーブル等の通信ケーブルの分岐、接続に使用されるクロージャーでは、硬質のゴム部材が使用されてきた。例えば、JIS K6253で規定される硬度が40程度、もしくはそれ以上のものである。このような硬度のゴムは、ケーブルとの密着が悪いので、ケーブルにシーリングテープを巻いて、シール材との間を埋めることがなされてきた。ゴム材料としても、低温では硬くなりにくいエピクロルヒドリンゴムが使用されてきた。

【0003】このような問題があることから、本件発明者らは、非常に柔軟でケーブルとの密着がよく、かつ低温でも硬くなりにくい低弾性率ゴム組成物とそれを用いたシール材を開発し、既に特許出願を行った(特開2000-230090号公報)。このシール材はケーブルにセットして、これをクロージャーで挟み込むもしくはクロージャーにシール材をセットして、ケーブルを挟んでクロージャーで締め込むという手順を踏むだけでクロージャーに水や虫が入り込むのを防止し、クロージャー内部の気密を保つことができるものである。しかも、従来のようにシールのための作業工程が不要となり、かつ熟練者でなくとも容易で確実にシールが可能である。

【0004】ところで、これまでのケーブルは直径が7～30mm超であるものが大半であったが、最近では家庭にまで光ファイバーが導入されるようになり、この場合、より細くかつ断面が8の字状のケーブルが使われるようになってきている。この場合、クロージャー内で光ファイバーを束ねた太いケーブルから1本の光ファイバーを内蔵する細いケーブルを多数分岐させねばならない。このようなケーブルと細いクロージャーの間の隙間を、前述したようなケーブルを挟み込むタイプのシール材でシールしようとすれば、一つのクロージャーに非常に多数のシール材が必要となる。そこで、穴のないシール材を予めセットしておいて、これを細いケーブルで突き刺す、もしくはケーブルで突き刺したシール材をクロージャーにセットする方法が採られるようになってきている。

【0005】特開平11-262161号公報には、ケーブル配線用クロージャーにおいて、ケーブルスプーサーを、特定物性を有する加硫ゴム組成物で構成することが開示されている。ここでは、ゴム材料としてEPR、EPDM、シリコンゴム、ブチルゴム(IIR)、スチレン-ブタジエンゴム(SBR)、フッ素ゴム(FKM)等が広く挙げられている。ゴム成分とシール品質との関係について言及がなく、また物性的には、圧縮永久歪(70℃×22H)が50～80%であると記載されており、大きい歪を有する。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】シール材をケーブルで突き刺すシール方法では、気密性に支障を来さないような材質であることがこれまで以上に要求される。単に常温における気密性に支障がないというだけでは充分であるとはいえない。実際の環境下、すなわち低温と高温の繰返し(ヒートサイクル)においては、ゴムが膨張、収縮を繰返すことによって傷が広がって破壊を起こし、気密が保てなくなるという問題を生ずる。また、破壊にまで至らなくても、低温で硬化して変形に追従できなくなり気密性が低下する。よって、シール材には、ヒートサイクル耐性が要求される。

【0007】シール材特性に影響を及ぼすは要因としては種々あげられる。たとえば、ゴム材料の種類や同一種であってもその成分比などにより影響を受け易いものである。エチレン-プロピレン-ジエンゴム(EPDM)の場合、その成分とゴム性能との関係は次のようになる。EPDMは、エチレン(E)、プロピレン(P)、ジエン(D)の3成分からなるが、このうちエチレン量が高いと、結晶性が上がってゴムの強度が高くなる。しかしながら、低温ではこの結晶化のために柔軟性がなくなり、硬度上昇、低温圧縮永久歪の増大等の問題がでてくる。ジエン成分は硫黄により架橋するためのサイトであり、この成分が多いと架橋密度が上がる反面、紫外線やオゾンによる攻撃を受けてポリマーが劣化しやすい

る。ジエン量は通常10重量%以内である。

【0008】一方、エチレン量が低くなると、低温特性が向上し、硬くなりにくくかつ低温圧縮永久歪みが小さくなるという長所がある反面、強度が低くなるのが問題である。エチレン含量の高いEPDMを用いると低温において気密が保てず、エチレン含量が低いときには低温では問題がないものの、突き刺し時に生じた傷がヒートサイクルによって広がることが多い。そこで、エチレン量が中庸のEPDMを用いたところ、強度や低温特性はむしろ高エチレンに近く、低温での気密を保つことはできないという別の問題がある。

【0009】上述のように、シール材用、とりわけ光ファイバーケーブルのクロージャール用のように、ケーブルを突き刺してシールするための低弾性率ゴム組成物の開発には、解決すべき課題がまだ多く残されている。

【0010】

【課題を解決するための手段および発明の効果】本発明者らは、上記課題を解決するために、ゴム材料の種類や性状、添加物の種類と量、など多方面から検討した結果、エチレン含量がきわめて限られた範囲のEPDMをゴム材料とし、これに粘着付与剤であるポリブテン、プロセスオイルおよびカーボンブラックを特定量配合することによって得られる加硫ゴム組成物は密着性がよく、かつ繰返し使用にも耐えるとの知見を得て、さらに検討して本発明を完成したものである。

【0011】すなわち、本発明は、

- 1) (A) エチレン含量が54～64重量%であるエチレン-プロピレン-ジエンゴム100重量部と、
- (B) 流動点が-30℃以下のプロセスオイル200重量部以上、(C) 粒子径が80nm以下のカーボンブラック20重量部以上、および(D) 粘着付与剤10～100重量部とを含有する組成物であって、前記エチレン-プロピレン-ジエンゴムが加硫されていることを特徴とする低弾性率ゴム組成物、
- 2) 粘着付与剤としてポリブテンを10～45重量部含有する上記1)項記載の低弾性率ゴム組成物、
- 3) (A) エチレン含量が54～64重量%であるエチレン-プロピレン-ジエンを含むゴム成分100重量部と、(B) 流動点が-30℃以下のプロセスオイル200重量部以上、(C) 粒子径が80nm以下のカーボンブラック20重量部以上、および(D) 粘着付与剤10～100重量部とを含有し、前記エチレン-プロピレン-ジエンが加硫されている低弾性率ゴム組成物を用いることを特徴とするシール材、および
- 4) 粘着付与剤としてポリブテンを10～45重量部含有する請求項3記載のシール材、である。

【0012】本発明の低弾性率ゴム組成物は、前記のような組成を有するものであり、その低弾性率の程度はJIS K6253 (タイプAデュロメーター) で表わすとき通常20以下、好ましくは10以下、さらに好ま

しくは5以下である。また、シール部材としては、その硬度を23℃における1/1サイズコーン針入度で規定するとき、40以上、好ましくは45以上、さらに好ましくは50以上であるが、本発明のゴム組成物の硬度はこの規定を充分満足する程度に低弾性率である。また、実用上、射出成形が可能な程度に低弾性率である。

【0013】本発明の低弾性率ゴム組成物は、柔軟であってかつ低温でも圧縮永久歪が小さく、シール材として用いるときは低温でも気密を保ちかつゴム破壊を全く起こさず、ヒートサイクル試験でも長期間の使用に耐えることができる。このことから、本発明の低弾性率ゴム組成物は、とりわけ光ファイバーケーブルのように、細いケーブルを多数分岐させるために、ケーブルシールをシール材に突き刺してシール用としてする用途に好適である。

【0014】本発明において、各成分を配合し混練した状態での未加硫ゴム組成物は、粘着力が適度であって取り扱い性 (ハンドリング性) が良く、成形が容易であり、工業的製造においても有利である。

【0015】

【発明の実施の形態】以下に本発明を詳細に説明する。本発明において、EPDMは、そのエチレン含量が54～64重量%の特定範囲のものが用いられる。EPDMはそのエチレン含量が高いとき、強度も高くなり、プロセスオイルの高充填が可能になるが、その一方で0℃以下の低温で結晶化し急激に硬度が上がり圧縮永久歪が大きくなる。本発明においては、上記範囲のエチレン含量のEPDMを選択することと特定量の粘着付与材等を添加することによって、低温下でもシール材としての機能が発揮され、しかも強度的にも満足する低弾性率のゴム組成物が得られる。

【0016】ジエン含量は、その上限が15重量%以下、好ましくは10重量%以下であり、下限は2重量%以上であることが好ましい。とりわけジエン量が3～6重量%であるEPDMが好ましく、耐候性と加硫のバランスがよく好適である。EPDMを構成するジエンとしては、エチリデンノルボネン、ジシクロペンタンジエンが一般的であるが、本発明におけるEPDMはいずれのジエンであってもよい。プロピレン含量は、100から上記のエチレン含量とジエン含量を除いた量となる。

【0017】次に、EPDMゴムの、125℃でのムーニー粘度 [ML₁₊₄ (125℃)] は、分子量の目安となるが、本発明においてはこの粘度が高いほど強度も高くなり、かつプロセスオイルの吸収量も多くなるので望ましく、通常は非油展のもので60以上、好ましくは80以上のものが選択される。ただし、油展タイプのEPDMは、そのオイルのために見かけ上は低い数値を示す。本発明におけるプロセスオイルとしては、EPDMとなじみやすく揮発性の小さいオイルを選択することが

好ましく、この点からパラフィンオイルが好適である。そのなかでも、低温下でもシール材等としての機能発揮させる目的からは、ロウ成分を除去して流動点を下げたものが好ましく用いられる。すなわち、パラフィンの流動点はJIS K2269の測定基準において一般的に -15°C であるが、上記のように低温特性が要求される分野においては -30°C 以下の流動点を有するものが好ましい。このようなパラフィンオイルの具体例としては、ダイアナプロセスPX-90（出光興産株式会社製、流動点 -45°C ）が挙げられる。この外にも、ナフテン系オイルは、揮発性がパラフィンオイルよりも高いものの、低流動点でかつEPDMとの親和性がよいことから使用可能である。

【0018】プロセスオイルの量は、一般に所望のシール材硬度に合うように添加されるが、本発明においては前記EPDMゴム100重量部に対して200重量部以上添加され、さらに好ましくは300重量部以上である。添加の上限量は、本発明組成物が目的とする機能を損なわない限りにおいて特に制限はないが、一般的にEPDM100重量部に対し、約2000重量部までであり、好ましくは1000重量部、より好ましくは500重量部までである。

【0019】カーボンブラックは、低弾性率ゴム組成物をシール材等として使用するとき、強度を発現させるために添加されるが、本発明においては粒子径が80nm以下のものを、EPDM100重量部に対し20重量部以上含有させることを要する。粒子径が80nmよりも大きいときは、補強効果が低下する。また、含有量は25重量部以上であればより好ましく、通常上限量は100重量部までである。

【0020】カーボンブラックの種類としては、SAF（Super Abrasion Furnace、粒子径：20～30nm）、ISAF（Intermediate Super Abrasion Furnace）、HAF（High Abrasion Furnace、粒子径：30～40nm）、FEF（Fast Extrusion Furnace、粒子径：50～60nm）あるいはGPF（General Purpose Furnace）などが使用できる。本発明において、粘着付与剤はEPDM100重量部に対し、10～100重量部、好ましくは10～50重量部の範囲で含有される。この添加によって、例えばケーブルとシール材間の密着性を高める効果がある。粘着付与材としては、

①クマロン・インデン樹脂、②フェノール・アセチレン樹脂、フェノール・ホルムアルデヒド樹脂、テルペン・フェノール樹脂、ポリテルペン樹脂、キシレン・ホルムアルデヒド樹脂、等のフェノール、テルペン樹脂、③合成ポリテルペン樹脂、芳香族系炭化水素樹脂、脂肪族系炭化水素樹脂、脂肪族系環状炭化水素樹脂、ポリブテン、液状ポリブタジエン、液状ポリイソプレン、等の石油系炭化水素樹脂、④各種ロジン誘導体、⑤その他、のものが挙げられる。

【0021】本発明においては、ゴム組成物が低温でも柔軟性を保つことができるように、とりわけポリブテン、液状ポリブタジエン、液状ポリイソプレン等の液状の粘着付与剤が好ましく用いられる。この中でも、二重結合をほとんど有しないことから、ポリブテンが耐候性の点で優れている。ポリブテンには、種々の分子量のものが存在するが、低分子量のものは粘着付与能が低く、プロセスオイルと同様に軟化効果しか期待できなくなる。このことから、ポリブテンは高い分子量のものをใช้ในการことが好ましく、一般に800以上、好ましくは1000以上の分子量を有するものを選択すればよい。ポリブテンには、種々の添加物を含むものがみられるが、本発明においては特に限定することなく用いることができ、とくにイソプレンを少量含むものは粘着性が大きくより好ましい。

【0022】前記のように、粘着付与剤はEPDM100重量部に対し10～100重量部、好ましくは10～50重量部添加されるが、具体的な量は粘着付与剤の種類等を考慮して決定する。ポリブテンの場合は、EPDM100重量部に対し10～45重量部で十分に効果を発揮する。むしろ、添加量が多すぎると、高温下では圧縮永久歪が増大し、好ましくない傾向がある。例えば、シール材として圧縮永久歪が 70°C 、22時間で50～80%であるものは歪が大きすぎることから、このような歪を生じないように粘着付与剤の添加量を決定するのがよい。過剰量の添加は、低温下においてEPDM単独よりも特性が低下する場合が多く、避ける方が好ましい。

【0023】本発明者らの検討したところによると、ポリブテンを種々のEPDMに、とくにエチレン量が高、中、低含量の各EPDMにブレンドするとき、得られるゴム組成物の物性が異なってくることが判明している。エチレン含量が64重量%を越えるようなEPDMの場合、ポリブテンをブレンドすることによって破断伸びは向上し、その伸びはポリブテンと類似の成分であるポリイソブチレンが大部分を占めるブチルゴムをブレンドしたときよりも大きくなる。しかしながら、高エチレン含量EPDMにポリブテンを添加しても低温での性能を向上することはできない。

【0024】一方、エチレン含量が54重量%に達しないようなEPDMの場合、ポリブテンをブレンドすることによって、低温特性はそのEPDM単独よりも低下するが、低温におけるシール性に影響を与えるほどではなく、破断伸びや破断強度はブレンドしない場合に比べて飛躍的に向上する。これらの性能は、少なくともEPDM100重量部に対して10～70重量部までは添加量が多いほど向上する。しかしながら、このような低含量エチレンEPDMは、プロセスオイルを加えるだけでも粘着性が高くなり、そこにさらにポリブテンを25重量部以上ブレンドすると、粘着性が高くなり過ぎて混練

後の未加硫ゴムのハンドリングが非常に困難になるという問題を生ずる。このために、未加硫ゴム組成物を、通常のプレスによる成型作業を実施しようとしても事実上ハンドリングが不可能になる。

【0025】ところが、エチレン含量が54～64重量%であるEPDMにポリブテンをブレンドすると、25重量部の添加量であっても破壊強度、破壊伸びが著しく向上し、しかも本来の低温特性も格段に向上する。このEPDMは、ムーニー粘度が高く、前述のように高分子量のものを対象とする。この場合、ポリブテンを50重量部ブレンドしても、シート化が可能であり、プレス時のハンドリングは極めて良好である。また、ポリブテンを25重量部ブレンドすると、50重量部添加に比べて、圧縮永久歪が小さく、破断強度および破断伸びではあまり大きな差はみられない。さらに、瞬間回復率がよくなり、ヒートサイクル試験においても低温時の気密性に全く問題はない。

【0026】本発明のゴム組成物におけるEPDMゴムは、加硫されているものであり、加硫剤および加硫促進剤が添加される。加硫剤としては硫黄が主に使用され、加硫促進剤としては、通常のチアゾール系、チウラム系、ジチオカーバメート系、スルフェニアミド系等のものが使用できる。加硫剤は、EPDM100重量部に対し、通常0.5～10重量部を、また加硫促進剤はEPDMゴム100重量部に対し、通常1～15重量部程度使用される。さらに、加硫活性化剤としては、亜鉛華、ステアリン酸等を用いることができる。加硫活性化剤は、前記EPDMゴム100重量部に対し、通常0.1～100重量部程度使用される。

【0027】本発明の低弾性率ゴム組成物には、品質向上等を目的に加工助剤、補強剤、着色剤、老化防止剤、光安定化剤、紫外線吸収剤、難燃剤、粘着付与剤等を適宜添加することができる。補強剤としてはシリカが挙げられ、前記EPDMゴム100重量部に対し10～50重量部を添加できる。充填剤としては、炭酸カルシウム、クレイ、炭酸マグネシウム等が挙げられ、前記EPDMゴム100重量部に対し5～100重量部を添加できる。難燃剤としては、水酸化アルミニウム、三酸化アンチモン等が挙げられ、前記EPDMゴム100重量部に対し1～100重量部を添加できる。

【0028】本発明の低弾性率ゴム組成物は、前述の割合のEPDMゴム、プロセスオイル、カーボンブラックおよび粘着付与剤と、加硫剤および加硫促進剤と、適宜の添加剤と共に混練し、未加硫ゴム組成物を調製し、常法により加硫することによって得られる。本発明のシール材は、通常、未加硫ゴム組成物を所望の形状に成形すると同時に、あるいは成形した後に加硫することによって製造するか、加硫後に所望のシール材に成形することによって製造される。

【0029】本発明の低弾性率ゴム組成物をシール材と

して使用するとき、その硬度は、A型硬度で20以下、好ましくは5以下がよい。ケーブルの太さが密着性に影響を与え、細いケーブルは太いケーブルよりも密着しにくくなることから、前者のケーブル用シール材はより柔軟であることが好ましい。23℃における1/1サイズコーン針入度で規定するとき、40以上、好ましくは45以上、さらに好ましくは50以上がよい。

【0030】

【実施例】以下に、実施例および比較例をあげて本発明をさらに具体的に説明する。なお、実施例および比較例で得たゴム組成物の物性は次の方法により測定した。

【試験方法】

1) 硬度: アスカーC2硬度計、コーン針入度、E型硬度計により測定した。コーン針入度は、JISK2220のちょう度測定法に従い、1/1サイズの円錐Aを使用して測定した。測定温度は23℃とした。E型硬度計は、タイプEデュロメーターを用いてJISK6253に規定する方法により測定した。

【0031】2) 圧縮永久歪: JISK6262の方法に従い、測定温度70℃、測定時間22～24時間で測定した。また、測定温度-20℃において、JISK6261の方法に従い測定したが、この場合は圧縮から開放後、試験温度下のまま30分間放置後の厚みを測定し、圧縮永久歪を測定した。

3) 瞬間回復率

常温(20℃)下、φ35mm、厚み6mmのゴム板を2枚重ねて、治具を使用してこれを7mmまで圧縮し、-20℃の低温恒温槽に入れる。1時間後に取りだし、すぐに解放して直後の厚みを測定する。その測定値と圧縮量から回復の程度を求めた。通常、後述のヒートサイクル試験の結果が可であるためには、瞬間回復率は18%以上であることを要する。

【0032】4) 破断強度および伸び

引張試験(TB)によった。リング(外径φ35mm、内径φ13mm、厚み12mm)状のゴムにφ13mmの棒を2本差込み、その棒を反対方向に引張試験機を用いて引っ張る(図1の模式図参照)。このときの速度は500mm/minとし、破断したときの応力[kgf]と棒の距離(上の棒の下端と、下の棒の上端との距離)を求めて、破断強度および破断伸びとする。通常、後述のヒートサイクル試験の結果が可であるためには、破断伸びは180mm以上であることを要する。

【0033】5) ヒートサイクル試験

シール材をクロージャーに取り付けて、4mm×2mmの形状で中央にくさび状の溝のあるケーブルを所定量(後述)突き刺して、クロージャー内圧が0.4kgf/cm²となるように窒素を注入する。次いで、(1)20℃で1時間保つ、(2)20℃から60℃までに1時間かけて昇温させる、(3)60℃で1時間保つ、(4)60℃から20℃まで1時間かけて下温させる、

(5) 20℃で1時間保つ、(6) 20℃から-20℃まで1時間かけて下温させる、(7) -20℃で1時間保つ、(8) -20℃から20℃まで1時間かけて升温させる、という1サイクル8時間のヒートサイクル試験を100サイクル繰り返す。

【0034】この試験で、20℃での圧力が初期の80%を下回った時点で不合格と判定する。ここで、1つのクロージャークには6個のシール材を取り付ける。

・2本のケーブルを1つのシール材に突き刺し、引き抜き、突き刺し、引き抜き…2個

・2本のケーブルを1つのシール材に突き刺し、引き抜き、突き刺し、引き抜き、突き刺し…2個

*・8本のケーブルを1つのシール材に突き刺し、引き抜き、突き刺し、引き抜き、突き刺し…2個

6) 未加硫ゴム組成物のハンドリング性

次の基準で評価した。

◎：容易にシート状にできる。○：シート状にできるが、手間取る。△：シート状にできない。×：気泡が多数混入しており、シール材を作製できない。

【ゴム材料】以下の実施例あるいは比較例においては、下記の表1に示すゴム材料を用いた。

10 【0035】

【表1】

	商品名	エチレン(%)	ジエン(%)	ジエン種	油含量(部)	ムーニー粘度
EPDM	601F(住友化学)	59	3.5	ENB	70	73
	670F(住友化学)	66	4	ENB	100	83(100℃)
	532(住友化学)	51	3.5	ENB		81
	602(住友化学)	56	4	ENB		82
	586(住友化学)	66	12.5	ENB		80
	512F(住友化学)	65	4	ENB		86
	553(住友化学)	66	4.5	ENB		74(150℃)
	NORDEL IP4570(*)	50	5	ENB		70
	NORDEL IP4770R(*)	70	5	ENB		70
	EP27(JSR)	54	4.5	ENB		105(100℃)
IIR	268エクソンプチル(**)					46-56
	365エクソンプチル(**)					30-36
	065エクソンプチル(**)					28-35

0内は製造または販売元を示す。

(*) Du Pont Dow Elastomers
ムーニー粘度ML₁₊₁(125℃)

(**) エクソンモービル化学

【0036】実施例1～4

表2に示す各配合物をそれぞれ3Lニーダーで混練し、未加硫ゴム組成物を得た。次に、各未加硫ゴム組成物をロールにかけて、シート状にできるものはシートに成形し、シート状にできないものは容器に移し替えた。これを所定の型を用いて、プレスにより加硫し、試験片を得た。ここで、加硫温度は170℃、加硫時間は厚みおよび配合組成により10～40分の間で選択した。試験片は、上記の各試験方法に記載した形状に調整する。

【0037】実施例1～4の試験結果を表2に示す。

【0038】

【表2】

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4
EPDM				
601F	170	170		
670F				
532				
502			100	100
588				
512F				
553				
IP4570				
IP4770R				
EP27				
IR				
268				
365				
065				
ポリブテン				
SV-7000	25	50	25	50
5SH				
06N				
カーボンブラック(PEF)	40	40	40	40
パラフィンオイル	250	250	250	250
酸化亜鉛	5	5	5	5
ステアリン酸	1	1	1	1
硫黄	1	1	1	1
加硫促進剤	2.5	2.5	2.5	2.5
アスカ-C2硬度	32	28	33	29
硬度E	21	18	22	18
針入度	49	55	52	51
圧縮永久歪(70℃) [%]	25	35	34	42
圧縮永久歪(-20℃) [%]	68	74	50	58
瞬間回復率 [%]	27	24	19	19
破断強度 [kgf]	23	18	17	15
破断伸び [mm]	204	223	188	237
ヒートサイクル				
後の圧力保持	○	○	○	○
時の破壊	○	○	○	○
未加硫ゴムのハンドリング性	○	○	△	△

*【0039】この結果、実施例1～4で得られたゴム組成物は、ヒートサイクル後の圧力保持ができており、またシール材の破壊も起きていない。しかも、未加硫ゴム組成物のハンドリング性がよく、シート材を製造する上において、きわめて好都合である。

比較例1～26

下記の表3～6に示す各配合組成物を用いたこと以外は、上記の実施例に準じてゴム組成物を調製した。各ゴム組成物の試験結果を表3～6に示す。

10 【0040】

【表3】

20

*

	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5	比較例6	比較例7
EPDM							
601F			200	200	200	200	180
670F	100	100					
532							
502							
588							
512F							
553							
IP4570							
IP4770R							
EP27							
IR							20
268							
365							
065							
ポリブテン							
SV-7000	25	50	25	50	75	100	
5SH							
06N							
カーボンブラック(HAF)	40	40	40	40	40	40	40
パラフィンオイル	250	250	250	250	250	250	250
酸化亜鉛	5	5	5	5	5	5	5
ステアリン酸	1	1	1	1	1	1	1
硫黄	1	1	1	1	1	1	1
加硫促進剤	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
アスカ-C2硬度	32	28	32	29	27	24	26
硬度E	21	12	21	19	17	15	15
針入度	51	63	49	54	60	66	51
圧縮永久歪(70℃) [%]	27	35	29	30	35	46	28
圧縮永久歪(-20℃) [%]	33	44	88	88	89	91	84
瞬間回復率 [%]	22	22					9
破断強度 [kgf]	13	14	18	17	13	9	20
破断伸び [mm]	154	209	180	204	209	218	170
ヒートサイクル							
後の圧力保持	×	×	×	×	×	×	×
時の破壊	×	×	○	○	○	○	○
未加硫ゴムのハンドリング性	△	△	○	○	△	×	○

【0041】

* * 【表4】

	比較例8	比較例9	比較例10	比較例11	比較例12	比較例13	比較例14
EPDM							
601F			119			170	
670F	140	120		70			200
532					80		
502							
588							
512F							
553							
IP4570							
IP4770R							
EP27							
IR							
268	30	40	30	30	20		
385							
O65							
ポリブテン							
SV-7000							
5SH							
O6N							
カーボンブラック(HAF)	40	40	40	40	40	40	40
パラフィンオイル	290	290	290	290	290	290	270
酸化亜鉛	5	5	5	5	5	5	5
ステアリン酸	1	1	1	1	1	1	1
硫黄	1	1	1	1	1	1	1
加硫促進剤	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
アスカ-C2硬度	25	25	27	29	27		28
硬度E	15	16	18	19	17		18
針入度	54	55	53	51	56		60
圧縮永久歪(70℃)[%]	23	24	30	26	26		26
圧縮永久歪(-20℃)[%]	80	78	53	29	42		90
瞬間回復率[%]	9	21	5	40	19.2		5
破断強度[kgf]	18	15	19	13	10.2		20
破断伸び[mm]	163	154	155	135	144		195
ヒートサイクル							
後の圧力保持	×	×	×	×	×	×	×
時の破壊	○	○	○	×	○	○	○
未加硫ゴムの							
ハンドリング性	○	△	○	△	△	○	○

【0042】

※ ※ 【表5】

	比較例15	比較例16	比較例17	比較例18	比較例19	比較例20	比較例21
EPDM							
601F							
670F	100						
532		100					
502			100				
588				100			
512F					100		
553						100	
IP4570							100
IP4770R							
EP27							
IR							
268							
385							
O65							
ポリブテン							
SV-7000							
5SH							
O6N							
カーボンブラック(HAF)	40	40	40	40	40	40	40
パラフィンオイル	240	290	290	290	280	290	290
酸化亜鉛	5	5	5	5	5	5	5
ステアリン酸	1	1	1	1	1	1	1
硫黄	1	1	1	1	1	1	1
加硫促進剤	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
アスカ-C2硬度	42	31	28	35	33	33	39
硬度E	30	21	19	23	22	22	28
針入度	37	47	46	43	45	44	38
圧縮永久歪(70℃)[%]	21	28	21	28	23	19	21
圧縮永久歪(-20℃)[%]	26	44	90	84	54	14	83
瞬間回復率[%]		21	5	3	28	71	8
破断強度[kgf]		16	10	18	13	8	26
破断伸び[mm]		163	97	154	128	90	147
ヒートサイクル							
後の圧力保持	×	×	×	×	×	×	×
時の破壊	×	○	○	○	○	×	○
未加硫ゴムの							
ハンドリング性	△	○	○	○	○	△	○

【0043】

★ ★ 【表6】

	比較例22	比較例23	比較例24	比較例25	比較例26
EPDM					
601F		119	119	170	170
670F					
532					
502					
588					
512F					
553					
IP4570					
IP4770R					
EP27	100				
IIR					
268		30			
365			30		
065					
ポリブテン					
SV-7000				25	
SSH					25
08N					
カーボンブラック(HAF)	40	40	40	40	40
パラフィンオイル	280	280	280	285	285
酸化亜鉛	5	5	5	5	5
ステアリン酸	1	1	1	1	1
硫黄	1	1	1	1	1
加硫促進剤	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
アスカ-C2硬度	30				
硬度E	19				
針入度	49				
圧縮永久歪(70℃) [%]	25				
圧縮永久歪(-20℃) [%]	36				
瞬間回復率 [%]	40				
破断強度 [kgf]	11				
破断伸び [mm]	130				
ヒートサイクル					
後の圧力保持	×	×	×	×	×
時の破壊	○	○	○	○	○
未加硫ゴムの					
ハンドリング性	○~△	○	○	○	○

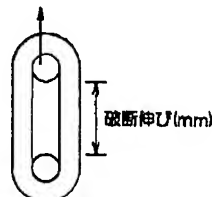
【0044】これらの結果、いずれの比較例の配合組成物も、ヒートサイクル後の圧力保持が悪いことがわかり、シール材としては上記実施例の低弾性率ゴム組成物に比べて劣っていた。結局、実施例に示されるように、エチレン含量が5.4~6.4%のEPDMを用いて、これに粘着付与剤を1.0~4.5%と、さらにプロセスオイル*

*とカーボンブラックを配合することによって、ヒートサイクル後の圧力保持がありしかもシール材の破壊を起こさない低弾性率ゴム組成物が得られることがわかった。

【図面の簡単な説明】

【図1】低弾性率ゴム組成物の破断強度および破断伸びの測定方法を、模式的に示す。

【図1】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁷

G02B 6/00

識別記号

336

FI

G02B 6/00

テーマコード(参考)

336

(72)発明者 山内 雅和

兵庫県神戸市中央区脇浜町3丁目6番9号

住友ゴム工業株式会社内

Fターム(参考) 2H038 CA38

4H017 AA03 AA29 AA31 AB07 AC17

AD06 AE05

4J002 AE01Y BB15W BB17X DA036

FD010 FD130 FD140 FD150

GJ02